

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 08188789 A

(43) Date of publication of application: 23.07.96

(51) Int. Cl

C10M169/04

//(C10M169/04 , C10M101:02 ,
C10M105:32 , C10M129:70 , C10M125:10
)

C10N 10:04

C10N 30:06

C10N 30:08

C10N 40:24

(21) Application number: 07003555

(71) Applicant: KYODO YUSHI KK

(22) Date of filing: 12.01.95

(72) Inventor: IHARA HAJIME
KIHARA NAOKI

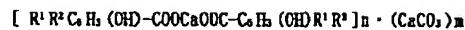
(54) METHOD AND LUBRICANT FOR
HIGH-TEMPERATURE PLASTIC PROCESSING

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

(57) Abstract:

PURPOSE: To provide the subject low-viscosity lubricant of a transparent liquid containing a highly basic salicylate of an alkaline earth metal, having activity to suppress the abrasion of a tool or skin roughening during a high-temperature plastic processing and free from environmental pollution.

CONSTITUTION: This lubricant contains a highly basic salicylate of an alkaline earth metal [preferably, a highly basic calcium salicylate of the formula (R^1 is a 5-28C alkyl or a 6-30C aryl; R^2 is H, a 1-28C alkyl, etc.)]. The lubricant preferably contains 3-90wt.% of a highly basic salicylate of an alkaline earth metal and 10-97wt.% of at least one kind selected from a mineral oil and an ester. Further, a base number of the highly basic salicylate of an alkaline earth metal is ≥ 150 . Furthermore, a mineral oil having a low viscosity such as a spindle oil is preferable as the above mineral oil, and a lowly viscous ester in which the OH group of an alcohol such as 2-ethylhexanol is esterified with a 4-22C carboxylic acid is preferable as the above ester.



BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-188789

(43)公開日 平成8年(1996)7月23日

(51)Int.Cl.⁶
C 10 M 169/04
// (C 10 M 169/04
101:02
105:32
129:70

識別記号

府内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 5 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平7-3555

(71)出願人 592038317

協同油脂株式會社

東京都中央区銀座2丁目16番7号

(22)出願日 平成7年(1995)1月12日

(72)発明者 伊原 勲

神奈川県横浜市青葉区奈良町2998-38

(72)発明者 木原 直樹

神奈川県藤沢市辻堂太平台1-11-14 協
同油脂湘南寮

(74)代理人 弁理士 中村 稔 (外6名)

(54)【発明の名称】 高温塑性加工用潤滑剤及び高温塑性加工方法

(57)【要約】

【構成】 高塩基性アルカリ土類金属サリシレートを
含有する高温塑性加工用潤滑剤。

【効果】 黒色固体潤滑剤を含有しない透明液状で低
粘度の潤滑剤であり、一般的な液状潤滑油給油設備で給
油可能であり、800°Cから1100°Cの領域で行われ
る高温塑性加工において工具の摩耗や、肌あれの抑制に
効果があり、環境を汚染することがない。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 高塩基性アルカリ土類金属サリシレートを含有する高温塑性加工用潤滑剤。

【請求項2】 鉛油及びエステルからなる群から選択される少なくとも1種を含有する請求項1記載の高温塑性加工用潤滑剤。

【請求項3】 高塩基性アルカリ土類金属サリシレート3～90重量%と鉛油及びエステルからなる群から選択される少なくとも1種10～97重量%からなる請求項2記載の高温塑性加工用潤滑剤。

【請求項4】 高塩基性アルカリ土類金属サリシレートの塩基価が100以上である請求項1又は2又は3記載の高温塑性加工用潤滑剤。

【請求項5】 粘度が40°Cにおいて1000mm²/s以下である請求項1ないし4のいずれか1項記載の高温塑性加工用潤滑剤。

【請求項6】 鋼材の高温塑性加工において、工具表面に請求項1～5のいずれか1項に記載の高温塑性加工用潤滑剤を工具に給油後、塑性加工を行うことを特徴とする鋼材の高温塑性加工方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、鋼材の高温塑性加工に際し、工具表面への鋼材の焼付や、工具表面の摩耗、肌荒れ等を防止することのできる高温塑性加工用潤滑剤及びこれを使用した高温塑性加工方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、鋼材の熱間圧延や熱間鍛造などの高温塑性加工では工具の保護の為、高温塑性加工用潤滑剤が使用され効果をおさめている。この高温塑性加工用潤滑剤としては、高温で潤滑効果のある黒鉛、水ガラス、窒化ホウ素、雲母、二硫化モリブデン、酸化鉄、炭酸カルシウム、フッ素化黒鉛、金属石ケンなどの固体潤滑剤；硫化油脂、亜鉛ジアルキルジチオホスフェート、リン酸エステルなどの極圧潤滑剤；鉛油、油脂、合成エステル、アルコールなどの油性向上剤；メタクリレートコポリマーやブチレンブタジエン共重合体などの付着性向上剤兼流动点降下剤等の少なくとも1種、或いはこれに必要により、ジターシャリブチルクレゾールやアルファンチルアミンなどの酸化防止剤を加えたものが一般に使用されている。

【0003】熱間圧延や熱間鍛造などの高温塑性加工では、鋼材の温度は、800～1100°Cの高温に達する。この様な温度で、上記の極圧添加剤や、油性向上剤を潤滑剤として使用した場合には、酸化や熱分解が起こり、潤滑面で十分な効果を發揮させることができない。この為、高温塑性加工では低温での塑性加工に比べ、潤滑面に対し多量の給油が行われているが、十分な効果を得ることが難しい。そこで800°C以上の高温において

も分解しにくい黒鉛や酸化鉄などの固体潤滑剤が、高温塑性加工用潤滑剤として使用され、十分な効果を發揮している。しかし、黒鉛や酸化鉄などの固体潤滑剤は以下の二つの短所を有する。

【0004】まず、黒鉛や酸化鉄などの固体潤滑剤は固形物粒子によって構成されているため、潤滑剤として用いる場合、液体中に分散しなければならない。ところが、これらの固形物粒子は密度が大きいため、分散状態で長時間保管した場合には液体から分離沈降してしま

う。従って、黒鉛や酸化鉄などの固体潤滑剤を配合した液状潤滑剤は長期保存ができず、定期的に攪拌して分離した固体潤滑剤を液中に再分散させる事が必要となる。しかし、固体潤滑剤の中には、粒子の二次凝集等が生じ再分散が難しい物もある。この場合、潤滑剤の性能低下や、再分散しきれない固体潤滑剤が、ストレーナーや給油弁等に詰まり現象を起こすことがある。このような問題を解決するため、液体に固体潤滑剤を分散させる際には、分散剤の添加や固体潤滑剤粒子の表面の安定化処理等が行われている。しかし、いずれも、高価であり、かつ製造に当たり煩雑な工程が必要となる。又、固体潤滑剤粒子の分離沈降を防止するために潤滑剤の粘度を高くすると、一般的な低粘度の液状潤滑剤を給油する設備では適用が難しくなり、新たに高粘度潤滑剤用の給油設備を用意しなければならない。

【0005】さらに、黒鉛、酸化鉄、二硫化モリブデンなどの固体潤滑剤は黒色であり、これを配合した潤滑剤は給油場所を著しく汚染するという問題がある。白色系の固体潤滑剤も存在するが、潤滑性が良好なフッ素化黒鉛や窒化ホウ素は著しく高価である。白色で安価な固体潤滑剤としては、炭酸カルシウムや雲母などがあるが、潤滑性が不十分である。従って、高温塑性加工用潤滑剤には、黒色で周囲を汚染するという問題はあるものの、安価で潤滑性の良好な黒鉛、酸化鉄、二硫化モリブデンなどが用いられているのが現状である。

【0006】一方、本発明者らは先に、水に水溶性ポリマーを1～5重量%溶解した水溶液または基グリースに、酸化鉄粉末と炭酸カルシウム粉末を添加分散して成り、酸化鉄粉末の含有量が3～30重量%、炭酸カルシウム粉末の含有量が0.13～18.8重量%であることを特徴とする高温塑性加工用潤滑剤を開発した（特開平6-234991号）。この高温塑性加工用潤滑剤は、900°C以上でステンレス鋼を圧延した場合のロール表面に対する圧延材料の焼付防止について、満足すべき性能を有している。しかし、この潤滑剤は、黒色であること、かつ、NLGI 1号以上あることは、粘度が3000センチボイズ以上と高いことから、透明液状で給油個所を汚染せず、かつ、従来より使用されている一般的な液状潤滑油給油設備で給油できる高温塑性加工用潤滑剤という目的を達成できない。

50 【0007】

【発明が解決しようとする課題】従って本発明の目的は、800°Cから1100°Cの領域で行われる高温塑性加工において、工具の摩耗や、肌荒れの抑制に効果があり、透明液状で給油個所を汚染することなく、かつ安価である、高温塑性加工用潤滑剤、及びこの潤滑剤を用いた高温塑性加工方法を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の目的は、高塩基性アルカリ土類金属サリシレートを含有する高温塑性加工用潤滑剤により達成される。本発明の高温塑性加工用潤滑剤組成物は、高塩基性アルカリ土類サリシレート単独であってもよいし、高塩基性アルカリ土類サリシレートに鉛油及びエステルの少なくとも1種を加えたものであってもよい。本発明の好ましい実施態様では、高塩基性アルカリ土類金属サリシレート3～90重量%と鉛油及びエステルからなる群から選択される少なくとも1種10～97重量%からなる高温塑性加工用潤滑剤が提供される。また本発明に使用される高塩基性アルカリ土類金属サリシレートは、塩基価が40以上、好ましくは100以上、さらに好ましくは150以上のものが適当である。

【0009】本発明の潤滑剤に使用される高塩基性アルカリ土類サリシレートの具体例としては、高塩基性カルシウムサリシレート、高塩基性マグネシウムサリシレート、高塩基性バリウムサリシレートが挙げられる。いずれを用いても同様の効果を得ることができる。従って、以下この明細書においては高塩基性カルシウムサリシレートについて説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。本発明に使用される高塩基性カルシウムサリシレートは公知物質である。例えば、市販品としては、オスカ化学社のOSCA431、OSCA453、OSCA435、OSCA438；シェル化学社のSAP005Caサリチレートなどが挙げられる。高塩基性カルシウムサリシレートは、例えば、所定の溶媒（例えば、ベンゼン、トルエン等の芳香族炭化水素、メタノール、エタノール等のアルコール系溶媒、鉛油）にアルキルサリチル酸の中性カルシウム塩を溶解し、次いで、この溶液に高塩基性カルシウムサリシレートとして要求される塩基価に相当する水酸化カルシウムを添加し、混合する。その後、添加した水酸化カルシウムを炭酸化するのに十分な過剰の二酸化炭素ガスを通じた後、活性白土等の濾過助剤を添加して濾過し、濾液を減圧蒸留して揮発性の溶媒を除去することにより製造することができる。この方法で製造された高塩基性カルシウムサリシレートは、炭酸カルシウムを安定に分散している透明な液体であり、固体潤滑剤に比べ従来から使用している液状圧延油用給油設備で適用可能である。また高塩基性カルシウムサリシレートは、鉛油またはエステルに任意に溶解させることができると可能である。炭酸カルシウムは公知の固体潤滑剤であり、白色であるため、給油時に環境を汚染

することがないという長所を持つ。

【0010】本発明に使用される高塩基性カルシウムサリシレートのうち、以下の式で表されるものは特に好ましい。

[$R^1 R^2 C_6 H_5 (OH)-COOCaOOC-C_6 H_5 (OH)R^1 R^2]n \cdot (CaCO_3)_m$
式中 R^1 は炭素数5～28のアルキル基又は炭素数6～30のアリール基を示し、 R^2 は水素原子、炭素数1～28のアルキル基又は炭素数6～30のアリール基を示す。本発明の潤滑剤は、高塩基性カルシウムサリシレートを3重量%以上含有していることが好ましい。含有量が3重量%以下の場合、十分な潤滑性が発揮できなくなる。

【0011】本発明に使用する高塩基性カルシウムサリシレートは、塩基価に換算して40以上、好ましくは100以上、さらに好ましくは150以上のCaCO₃を含有していることが好ましい。塩基価とは、試料1g中に含まれる全塩基成分を中和するのに要する塩酸と当量の水酸化カリウムのmg数をいう。この塩基価は、JSK2501において、全塩基価として規定されている。従って、高塩基性カルシウムサリシレートは、塩基成分であるCaCO₃を多く含有する程、塩基価が高くなる。本発明の高塩基性カルシウムサリシレートの塩基価が40未満の場合は、十分な潤滑性が得られなくなる。

【0012】本発明に使用される鉛油及びエステルはいずれもロールと圧延材の間に潤滑膜を形成し、摩擦係数を下げ、工具の肌荒れや焼付を抑制する働きがある。

又、高塩基性カルシウムサリシレート単体の粘度が高く、一般的な液状潤滑剤給油設備の潤滑剤ポンプで給油する事が不可能な場合、比較的粘度の低い鉛油またはエステルあるいは鉛油とエステルの混合物を加えることによって、潤滑剤ポンプで給油が可能な粘度に調整することが可能となる。鉛油としては、スピンドル油、マシン油、モーター油の様な比較的粘度の低いものが好ましい。エステルとしては2-エチルヘキサンオール、グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール等のアルコール中のOH基の少なくとも1個を炭素数4～22のカルボン酸によってエステル化した、比較的粘度の低いものが好ましい。この摩擦係数低下効果及び、粘度調整効果を十分に発揮させるには、鉛油またはエステルあるいは鉛油とエステルの混合物を10重量%以上含有させることができ。

【0013】本発明の潤滑剤には上記の鉛油やエステルのみではなく、摩擦係数を下げ、且つ、比較的粘度が低い極圧剤（例えば、トリプチルホスフェート）やアルコール（例えば、オレイルアルコール）等を加えることによっても同様の効果を達成できる。又、従来の高温塑性加工用潤滑剤に使用されている付着性向上剤や、流动点降下剤、酸化安定剤なども加えることができる。本発明の潤滑剤は、固有粘度が40°Cで1000mm²/s以下で

あることが好ましい。潤滑剤の粘度が40°Cで1000 mm²/s以下の場合、一般的に潤滑剤ポンプとして使用される、ギヤー方式や、プランジャー方式のポンプによって、工具と鋼材の双方あるいは、片方にエアースプレー や、ウォーターインジェクション方式によって給油することができる。また、ポンプを使用することなく、直接被適用面に塗布してもよい。

【0014】

【発明の効果】本発明の潤滑剤は、黒色固体潤滑剤を含有しない透明液状で低粘度の潤滑剤であり、一般的な液状潤滑油給油設備で給油可能である。そして、800°Cから1100°Cの領域で行われる高温塑性加工において工具の摩耗や、肌あれの抑制に効果があり、環境を汚染することができない。

【0015】

【実施例】攪拌機を有するステンレス製加熱釜に、高塩*

* 基性カルシウムサリシレート、鉛油、エステルを、表1に示す重量比率で投入し、50~80°Cにて均一となるまで30~60分間攪拌し、潤滑剤を製造した。この潤滑剤を、2重式熱間圧延機のロール表面に、液状潤滑油用給油ポンプを用いたウォーターインジェクション方式による潤滑剤給油設備を用いて、以下に示す熱間圧延条件及び潤滑剤給油量で、給油した。尚、潤滑油の粘度が高く液状潤滑油用給油ポンプで給油できない比較例の場合については、直接ロール表面に潤滑剤を手塗りして潤滑性を評価した。この場合、ウォーターインジェクション方式の給油設備からは、希釈水のみを噴射して、ロール表面の温度が液状潤滑油を給油した場合と同じになるように調整した。ロール水切り板は、希釈水が圧延材に直接付着して圧延材の温度が低下するのを防止するためのものである。結果を表1~表3に示す。

【0016】

熱間圧延条件及び潤滑剤給油量	
圧延ロール	高炭素高合金鉄錆ロール 150mmΦ×150mmL
圧延材	SUS430鋼板 厚さ4mm 幅25mm 長さ100mm 10本 (ロールの同一箇所にて圧延した)
圧下率、速度	10%、14mm/min
鋼材加熱温度	1100°C
仕上げ厚さ	3.6mm
潤滑剤給油量	上下ロールに 合計 100ml/min
潤滑剤給油ポンプの型式	プランジャーポンプ
希釈水量	上下ロールに 合計 1000ml/min
ロール水切り板	ゴム製

【0017】

※30※【表1】

成分	実施例										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
(1)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
(2)	3	-	10	30	-	-	-	1.5	-	-	100
(3)	-	-	-	-	30	-	-	1.5	90	-	-
(4)	-	3	-	-	-	30	30	-	-	90	-
(5)	97	97	90	70	70	70	60	47	10	5	-
(6)	-	-	-	-	-	-	10	50	-	5	-
(7)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
(8)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
(9)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
(10)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
(11)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
粘度	45	50	55	50	70	140	120	45	980	950	500
給油性	可	可	可	可	可	可	可	可	可	可	可
汚染	無	無	無	無	無	無	無	無	無	無	無
潤滑性	B	B	A	A	A	A	A	B	A	A	A

【0018】

★ ★ 【表2】

実施例

成分	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----

特開平8-188789

	(5)						7				8	
(1)	-	-	-	-	-	-	100	-	99	-		
(2)	1	30	90	90	1	-	-	-	-	-		
(3)	1	30	10	5	-	-	-	100	-	49		
(4)	1	30	-	5	-	1	-	-	1	1		
(5)	50	5	-	-	99	99	-	-	-	25		
(6)	47	5	-	-	-	-	-	-	-	25		
(7)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
(8)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
(9)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
(10)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
(11)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
粘度	100	950	550	800	43	48	550	1900	560	200		
給油性	可	可	可	可	可	可	可	不可	可	可		
汚染	無	無	無	無	無	無	無	無	無	無		
潤滑性	B	A	A	A	C	C	D	A	C	A		

【0019】

〔表3〕

成分	比較例					
	1	2	3	4	5	6
(1)	-	-	-	-	-	-
(2)	-	-	-	-	-	-
(3)	-	-	-	-	-	-
(4)	-	-	-	-	-	-
(5)	-	-	-	-	-	-
(6)	-	-	-	-	-	-
(7)	-	-	30	30	-	-
(8)	18.8	-	18.8	18.8	-	-
(9)	-	-	-	49.2	-	-
(10)	-	-	-	2.0	-	-
(11)	81.2	100	51.2	-	-	-
粘度	No.0	No.00	No.2	49000	75	-
給油性	不可	不可	不可	不可	可	-
汚染	無	無	有	有	無	無
潤滑性	D	E	B	B	C	E

【0020】(1) 高塩基性カルシウムサリシレート 塩基価60 (商品名OSCA431)
 (2) 高塩基性カルシウムサリシレート 塩基価180 (商品名OSCA453)
 (3) 高塩基性カルシウムサリシレート 塩基価230 (商品名OSCA455)

*40

*(4) 高塩基性カルシウムサリシレート 塩基価320 (商品名OSCA438)

(5) 精製鉱油 ISO VG 5

(6) トリメチロールプロパントリオレート

20 (7) 四三酸化鉄粒子 (粒径0.5~1 μm)

(8) 重質炭酸カルシウム粒子 (粒径10~20 μm)

(9) 水

(10) アルギン酸ナトリウム

(11) 鉱油ベースリチウム石ケングリース

【0021】比較例5: 市販高温塑性加工用潤滑剤 (協同油脂社製キュードールHR20)

比較例6: 潤滑剤なし

粘度: 40°C, mm²/s (但し比較例1~3はNLGIちょうど度番号、比較例4は25°Cにおけるcp)

30 給油性: 液状油用潤滑剤ポンプによる給油の可否

汚染: 使用時の設備周囲の汚染の有無

潤滑性の評価: 熱間圧延試験終了後、ロールの摩耗及び肌荒れ状態を観察し、以下の5段階で評価した。

A: 全く認められない

B: ほとんど認められない

C: やや認められる

D: 認められる

E: 要著に認められる

フロントページの続き

(51) Int.Cl.⁶

C10M 125:10)

C10N 10:04

30:06

30:08

40:24

識別記号 庁内整理番号

F I

技術表示箇所

Z